

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-229262

(43)Date of publication of application : 22.08.2000

(51)Int.Cl.

B05D 1/26

G11B 5/84

(21)Application number : 11-031671

(71)Applicant : FUJI PHOTO FILM CO LTD

(22)Date of filing : 09.02.1999

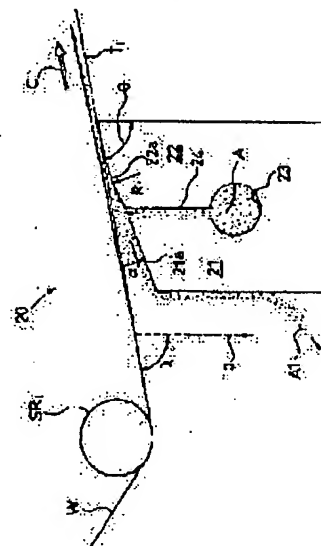
(72)Inventor : TOMARU MIKIO
KOMATSU KAZUNORI

(54) COATING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a coating method capable of thin layer forming at a high speed while keeping the quality of a coating film excellently.

SOLUTION: Because the coating method forms the coating film in a state A1 that 10-80% of the discharged quantity of a 1st coating liquid overflows through a gap formed from a supporting body and a front edge surface 21a, the generation of unstationary vibration inducing the coating nonuniform defect is suppressed even when the overflown quantity of the 1st coating liquid is minimized and the entrained air of a web W or the entering of foreign substance is effectively suppressed to keep a remarkably stable state and to make the coating film thin.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

*** NOTICES ***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The extrusion-die application head which has a front edge side and at least one doctor edge side is forced on the flexible base material it runs by being constructed across between support rollers. In the method of application which applies the application liquid breathed out from at least one slot, and **** the paint film of at least one layer The method of application characterized by letting the aforementioned base material and the gap formed in respect of [aforementioned] a front edge pass, and ****(ing) a paint film in the state where 10 - 80% of the discharge quantity of the 1st application liquid was made to overflow.

[Claim 2] The method of application according to claim 1 characterized by setting the curvate distance of the tangent which connects the 1st doctor edge side from the peripheral face of an upstream support roller, and the front edge side of a front edge block as 10 micrometers or more, and ****(ing) a paint film.

[Claim 3] The method of application according to claim 1 characterized by ****(ing) a paint film where the extravasation of the 1st application liquid which quiescence viscosity is 1P or more, and was adjusted so that the viscosity of shear-rate 10000sec-1 might become 50 or less centipoises is carried out.

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] this invention relates to the front face of the flexible band-like base material of the long picture continuously transported using an extrusion-die coater at the method of application which **** much more paint film at least.

[0002]

[Description of the Prior Art] In recent years, in fields, such as an application of a magnetic-recording medium, research which applies the stratum functionale thinly with improvement in product performance at high speed is done, and various proposals are made. For example, the application method which presses an extrusion-die application head against JP,4-5508,B, a 5-8065 official report, etc. at a flexible base material, respectively is indicated.

[0003] Drawing 6 is the important section schematic drawing of the equipment according to the coater indicated by JP,5-8065,B. The indicated conventional extrusion-die application head 10 The front edge block 11 which has front edge side 11a of the shape of **** arranged by upstream web support roller (not shown) approach, The doctor edge block 12 which has doctor edge side 12a of the shape of **** which distinguished [some] between downstream web support roller (not shown) approach, and retreated on the whole from this front edge side 11a, the aforementioned front edge block 11 and the aforementioned doctor edge block 12 -- few intervals -- with, it dissociates and consists of a slot 14 which supplies application liquid A continuously from the pocket section 13

[0004] furthermore, the 1st tangent t1 of this front edge side 11a [in / the slot outlet edge of the aforementioned front edge side 11a / in the aforementioned application head 10] the 2nd tangent t2 of this doctor edge side 12a in the back end section of the aforementioned doctor edge side 12a Angle theta 1 to make the 2nd tangent t2 of the above The 3rd tangent t3 which connects the aforementioned doctor edge side 12a from the slot outlet edge of the aforementioned front edge side 11a Angle theta 2 to make Having [and] a $\theta_1 < \theta_2 < 180$ degree size relation, the aforementioned front edge side 11a has a relative-position relation which approaches the aforementioned upstream web support roller approach to the undersurface of the flexible base material W. [0005] The flexible base material W which passed the aforementioned upstream web support roller As an aforementioned outlet of aforementioned front edge side 11a and the aforementioned slot 14] and doctor edge side 12a top is coiled one by one, while being continuously transported in the direction of Arrow C towards the aforementioned downstream web support roller, The amount of supply and the fluid pressure of the aforementioned application liquid A which were supplied near the outlet of the aforementioned slot 14, According to the combination effect of various-causes children, such as a form of the aforementioned front edge side 11a and the aforementioned doctor edge side 12a, based on web tension and a $\theta_1 < \theta_2 < 180$ degree size relation Few gaps which are sufficient for preventing **** of the aforementioned application liquid A from aforementioned front edge side 11a to an upstream are given on this front edge side 11a.

[0006] Moreover, while preventing invasion of the foreign matter adhering to the aforementioned flexible base material W which the meniscus of the aforementioned application liquid A is formed in the aforementioned gap, and is transported from an upstream, and company air The paint film thin-layer-ized by about 10-micrometer Atsushi by the damp or wet condition is obtained on the undersurface of the aforementioned flexible base material W which the reservoir near [which was formed of the aforementioned level difference] the applying point applies, sticks, and secedes from the back end section of the aforementioned doctor edge side 12a by operation.

[0007] On the other hand, the application head indicated by JP,4-5508,B The front edge side differs from front edge side 11a in the extrusion-die application head 10 indicated by JP,5-8065,B mentioned above. A part for the surplus of the aforementioned application liquid A is made to **** besides the application head of an upstream from few gaps with the aforementioned flexible base material W, and it is constituted so that invasion of the foreign matter which adhered to the aforementioned flexible base material W by the **** style, and company air may be prevented. Furthermore, this application head makes two doctor edge blocks adjoin through a slot from a front edge block, and carries out the multistory application of the paint film of another application liquid on the paint film which is in the damp or wet condition of the aforementioned application liquid A on the undersurface of the aforementioned flexible base material W.

[0008]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, also in this method, correspondence was difficult in the case where it is going to set to 10 micrometers or less by the so-called damp or wet condition, subsequent the lamination of the further application

layer, for example, application layer. It is for the free surface of an upstream to destabilize by lamination, for mixing of the air to a paint film to become remarkable, and for the so-called failure of a thin coating stripe etc. to occur. Then, although the method of inhibiting mixing of air to some extent by raising the fluid pressure on a doctor edge by making the radius of curvature of a doctor edge small, or raising the tension of a flexible base material was taken, the problem that a film will ununiformity-ize because the free surface moves to an upstream conversely, without collecting on a die edge point had arisen. Moreover, in connection with lamination, the distance of the front edge and the aforementioned flexible base material which are originally maintaining the slit extremely approaches more, originates in the front-face nature of a delicate speed change and delicate tension change, or the aforementioned flexible base material etc., and the case where the aforementioned flexible base material contacts the aforementioned front edge occurs unescapable. Consequently, a bad influence, such as a base material deforming locally, consequently becoming the cause of an application stripe or making an application layer and the base material itself generate **** / that **** of a support surface occurs] a blemish etc., may be done.

[0009] Moreover, the application head indicated by JP,4-5508,B The flow rate for a surplus of the aforementioned application liquid A which carries out the extravasation out of the application head of an upstream from the aforementioned front edge side in connection with high-speed lamination, If the gap of the aforementioned flexible base material W and the aforementioned front edge side is not set up proper, the uneven flow state accompanied by vibration with the unsteady extravasation style of the aforementioned application liquid A will be caused, consequently it will be easy to generate the stripe failure by the invasion of application unevenness or company air, and a foreign matter.

[0010] The purpose of this invention is to cancel the trouble of the conventional technology mentioned above, maintain the quality of a paint film good, and offer the method of application in which lamination is possible at high speed.

[0011]

[Means for Solving the Problem] The above-mentioned purpose of this invention is attained by the following composition.

(1) To the flexible base material it runs by being constructed across between support rollers The extrusion-die application head which has a front edge side and at least one doctor edge side is forced. In the method of application which applies the application liquid breathed out from at least one slot, and **** the paint film of at least one layer The method of application characterized by letting the aforementioned base material and the gap formed in respect of [aforementioned] a front edge pass, and ****(ing) a paint film in the state where 10 - 80% of the discharge quantity of the 1st application liquid was made to overflow.

[0012] (2) The method of application given in the above (1) characterized by setting the curvate distance of the tangent which connects the 1st doctor edge side from the peripheral face of an upstream support roller, and the front edge side of a front edge block as 10 micrometers or more, and ****(ing) a paint film.

[0013] (3) The method of application given in the above (1) characterized by ****(ing) a paint film in the state where the 1st application liquid which quiescence viscosity is 1P or more, and was adjusted so that the viscosity of shear-rate 10000sec-1 might become 50 or less centipoises was made to ****.

[0014]

[Function] Since a front edge and a base material do not contact directly by the method of application of this invention letting the aforementioned base material and the gap formed in respect of [aforementioned] a front edge pass, and ****(ing) a paint film in the state where 10 - 80% of the discharge quantity of the 1st application liquid was made to overflow and mixing of about [not generating **** of a base material] and air does not occur, either, a thin uniform application is attained. Under the present circumstances, in order to keep **** of application liquid uniformly stable, the viscosity of application liquid becomes important. By making high the so-called quiescence viscosity measured by the Brookfield viscometer, there is an effect which inhibits mixing of the air in the doctor edge section. Furthermore, the edge of the down-stream edge of the 1st doctor edge side has the effect which inhibits disorder of the interface of the layer formed with application liquid, and another layer on which it is superimposed on it.

[0015]

[Embodiments of the Invention] 1 operation form of the method of application of this invention is explained in full detail below based on the appended drawing. Drawing 1 and drawing 2 are the schematic drawing showing the important section of the extrusion-die coater 20 for enforcing the method of application of this invention, the coater 20 of drawing 1 shows the equipment for an application, and the coater 20 of drawing 2 shows the equipment for a bilayer application further, respectively.

[0016] It sets to the method of application of this invention using the coater 20 of drawing 1, and is the upstream web support roller SR 1. The flexible band-like base material W of the long picture which is supported by the peripheral face and is continuously transported in the direction of Arrow C (A web is called hereafter) The undersurface carries out asymptotic to front edge side 21a of the front edge block 21 in the extrusion-die coater 20 first. It passes through the outlet of the slot 24 which supplies continuously up the 1st application liquid A succedingly fed through the pocket section 23. After carrying out a closest approach to 1st doctor edge side 22a of the shape of **** of the 1st doctor edge block 22 next, it is transported so that it may secede from aforementioned 1st doctor edge side 22a towards the peripheral face of a downstream web support roller (not shown). In addition, the aforementioned 1st application liquid A is explained below by making the aforementioned 1st application liquid A into magnetic-substance dispersion liquid, although magnetic-substance dispersion liquid or non-magnetic-material dispersion liquid is applied according to the use.

[0017] Generally 0.3-3m, and length the web W in this invention 45-10,000m, [the width of face] The polyethylene terephthalate whose thickness is 2-200 micrometers, polyethylene -2, 6-naphthalate, Cellulose die acetate, a cellulose triacetate, cellulose acetate propionate, A polyvinyl chloride, a polyvinylidene chloride, a polycarbonate, a polyimide, Plastic film, such as a

polyamide; Paper, On paper, polyethylene, paper in which carbon numbers, such as polypropylene and an ethylene butene copolymer, applied or laminated alpha-polyolefines of 2-10; Metallic foils, such as aluminum, copper, and tin; etc. -- from -- the band-like object which formed the processing layer in the front face by making the becoming flexible band-like object or this band-like object into a base material is contained. Moreover, functional layers, such as a glue line, can be beforehand applied to these webs W, and what was dried or solidified can be used.

[0018] The component of application liquid may be freely chosen based on the function of a product. Moreover, in the method of application of this invention, the application liquid A which is a lower layer, and the application liquid B recoated on it can use the liquid of different composition. For example, when using this invention for the application of a magnetic-recording medium, using magnetic fine-particles dispersion liquid etc. as application liquid B, the liquid with which application liquid A and application liquid B distributed the magnetic substance with which properties differ can be used, using inorganic fine-particles dispersion liquid as application liquid A. The ferromagnetic impalpable powder which is the principal component of the aforementioned magnetic-substance dispersion liquid Gamma-Fe₂O₃, gamma-Fe₂O₃ of Co content, and Fe₃O₄, Fe₃O₄ of Co content, gamma-FeOx, and gamma-FeOx (X=1.33-1.50) of Co content, CrO₂, a Co-nickel-P alloy, a Co-nickel-Fe-B alloy, a Fe-nickel-Zn alloy, Well-known ferromagnetic impalpable powders, such as a nickel-Co alloy and a Co-nickel-Fe alloy, can be used, the grain size of these ferromagnetism impalpable powder is about 0.005-1 micrometer in length, and the ratios of an axial length/**** are about 1 / one to 50/1. Moreover, the specific surface area of these ferromagnetic impalpable powders is 1m² / g-70m² / g grade. Furthermore, a tabular hexagonal barium ferrite can also be used as a ferromagnetic impalpable powder, the grain size of a barium ferrite is about 0.001-1 micrometer in diameter, and thickness is 1 / 2 - 1/20 of a diameter. The specific gravity of a barium ferrite is 4-6g/cc, and specific surfaces are 1m² / g-70m² / g.

[0019] Moreover, as for magnetic-substance dispersion liquid, a binder is used with the aforementioned ferromagnetic impalpable powder. Thermoplastics with the conventionally well-known binder used; thermosetting resin, reaction type resins, and such mixture are mentioned. As thermoplastics, a softening temperature is that 10,000-300,000, and whose polymerization degree 150 degrees C or less and average molecular weight are about 50 to about 2,000. For example, a vinyl chloride vinyl acetate copolymer, a vinyl chloride vinylidene chloride copolymer, A vinyl chloride acrylonitrile copolymer, an acrylic-ester acrylonitrile copolymer, An acrylic-ester vinylidene-chloride copolymer, an acrylic-ester styrene copolymer, A methacrylic-ester acrylonitrile copolymer, a methacrylic-ester vinylidene-chloride copolymer, A methacrylic-ester styrene copolymer, urethane elastomer, a nylon-silicon system resin, Nitrocellulose-polyamide resin, the poly fluoride vinyl, a vinylidene-chloride acrylonitrile copolymer, A swine JIEN acrylonitrile copolymer, polyamide resin, a polyvinyl butyral, a cellulosic (a cellulose acetate butylate and a cellulose diacetate --) A cellulose triacetate, cellulose propionate, a nitrocellulose, etc., A styrene swine JIEN copolymer, polyester resin, a chloro vinyl ether acrylic-ester copolymer, amino resin, the thermoplastics of various kinds of synthetic-rubber systems, such mixture, etc. are used.

[0020] As thermosetting resin or a reaction type resin, in the state of application liquid, it is the thing of 200,000 or less molecular weight, the constituent for magnetic layer formation is applied, after making it dry, when it heats, reactions, such as condensation and addition, are produced and molecular weight may become infinite. Moreover, it is desirable that it is what is not softened or fused to a question until a resin pyrolyzes in these resins. Specifically For example, phenol resin, an epoxy resin, a hardened type polyurethane resin, A urea-resin, melamine resin, an alkyd resin, silicon resin, a reaction type acrylic resin, The mixture of an epoxy polyamide resin, nitrocellulose melamine resin, the amount polyester resin of macromolecules, and an isocyanate prepolymer, The mixture of a methacrylate copolymer and a diisocyanate prepolymer, The mixture of the mixture of a polyester polyol and the poly isocyanate, a formaldehyde resin, and a low-molecular-weight glycol / amount diol of macromolecules / triphenylmethane triisocyanate, polyamide resin, such mixture, etc. exist. In addition, that for which a dispersant, lubricant, an abrasive material, an antistatic agent, a nonmagnetic base material, etc. as the ferromagnetic impalpable powder distributed in a binder, a solvent, and an additive were used conventionally is used similarly.

[0021] A dispersant A caprylic acid, a capric acid, a lauric acid, a myristic acid, a palmitic acid, Stearin acid, oleic acid, an elaidic acid, linolic acid, a linolenic acid, the fatty acid (it COOH(s) R1 --) of 12-18 carbon numbers, such as a steer roll acid R1 The alkyl of 11-17 carbon numbers Or an ARUKENIRU machine : The alkali metal of the aforementioned fatty acid (Li, Na, K, etc.) Or alkaline earth metal Amide:polyalkylene oxide alkyl phosphoric-ester:register tin of the fatty acid containing the fluorine of the fatty acid ester of the metallic-soap:above which consists of (Mg, calcium, Ba) of the compound:above: Trialkyl polyolefine oxy-quaternary ammonium salt (an alkyl 1-5 carbon numbers) As for an olefin, :, such as ethylene and a propylene, etc. is used. In addition, a sulfate etc. is [other than 12 or more-carbon number higher alcohol and these] usable.

[0022] Although the effect is accepted, lubricant the above-mentioned dispersant A dialkyl polysiloxane (an alkyl is 1-5 carbon numbers), a dialkoxypolysiloxane (1-4 alkoxy *****), Monoalkyl monochrome alkoxy polysiloxane (an alkyl 1-5 carbon numbers) Silicone oils, such as 1-4 alkoxy ***** , a phenyl polysiloxane, and a phloroalkyl polysiloxane (an alkyl is 1-5 carbon numbers), conductive impalpable-powders [, such as graphite,] : -- molybdenum disulfide, a tungsten dioxide, etc. ---less -- subtlety powder:polyethylene -- unsaturation aliphatic hydrocarbon (the alpha olefin which the double bond combined with the carbon of an end --) liquefied in plastics impalpable-powder:alpha olefin polymerization object:ordinary temperature, such as polypropylene, a polyethylene vinyl chloride copolymer, and a polytetrafluoroethylene Carbon number 20 [about] : The fatty acid ester and the fluorocarbons etc. it is incomparable from the a little salt machine nature fatty acid of 12-20 carbon numbers and the monovalent alcohol of 3-12 carbon numbers can be used.

[0023] As for an abrasive material, a fused alumina, silicon carbide, a chrome oxide (Cr₂O₃), corundum, artificial corundum, a diamond, an artificial diamond, a garnet, emery (principal component : corundum and a magnetite), etc. are used. An antistatic

agent Natural surfactant:alkylene oxide systems [, such as a conductive impalpable-powder:saponin] , such as carbon black and a carbon black graft polymer, Nonionic surface active agents, such as a glycerol system and a glycidol system : High-class alkylamines Cationic surface active agents, such as quarternary ammonium salt, heterocycles of a pyridine and others, a phosphonium, or sulfonium : A carboxylic-acid machine, The anionic surface active agent containing acidic groups, such as a sulfonic group, a phosphate group, a sulfate machine, and a phosphoric-ester machine,: Amphoteric activators, such as a sulfuric acid of amino acid, aminosulfonic acid, and an amino alcohol or phosphoric esters, etc. are used.

[0024] Tar systems, such as ester system:benzene, such as ketone system:methyl acetate, such as an organic solvent used for magnetic-substance dispersion liquid, an acetone, a methyl ethyl ketone, a methyl isobutyl ketone, and a cyclohexanone, ethyl acetate, butyl acetate, an ethyl lactate, and the acetic-acid glycol monoethyl ether, toluene, and a xylene (aromatic hydrocarbon): There are chlorinated hydrocarbons, such as methylene chloride, ethylene chloride, a carbon tetrachloride, chloroform, an ethylene chlorohydrine, and dichlorobenzene, etc. The amount of the aforementioned organic solvent is 2 to 3 times the magnetic impalpable powder. The conductive impalpable powder for which 0.5 - 20 weight section uses a dispersant, and lubricant uses 0.2 - 20 weight section and an abrasive material as 0.5 - 20 weight section and an antistatic agent to the binder 100 weight section is 0.2 - 20 weight section, and the surfactant similarly used as an antistatic agent is 0.1 - 10 weight section. The aforementioned magnetic powder, a binder, a dispersant, lubricant, an abrasive material, an antistatic agent, a solvent, etc. are kneaded, and serve as magnetic-substance dispersion liquid.

[0025] It is necessary to adjust the viscosity carefully about the application liquid A which forms the layer near Web W. The amount of solid contents and the amount of binders are adjusted so that the viscosity of shear-rate 10000sec-1 which the so-called quiescence viscosity measured in a Brookfield viscometer is 1P or more, and is measured with a ROTOBISUKO viscometer may become 50 or less centipoises. When applying more than two-layer simultaneously, disorder of the interface of each class can be lessened by adjusting so that the difference of the viscosity of shear-rate 10000sec-1 of all application liquid may become less than ten centipoises.

[0026] The coater 20 applied to this invention method shown in drawing 1 The aforementioned upstream support roller SR 1 The 1st tangent T1 which connects 1st doctor edge side of the shell above 22a As opposed to the undersurface of the aforementioned web W which meets, and is set up and transported within the limits of 5 - 50 kg/m in web tension the abbreviation for the aforementioned front edge side 21a -- a flat inclined plane -- the 1st tangent T1 of the above the bottom -- upstream support roller SR 1 It is characterized by receiving, and setting up so that it may retreat. this invention method of using front edge side 21a mentioned above **** the paint film of the aforementioned 1st application liquid A of the thickness for which it asks by metering operation of the aforementioned 1st doctor edge side 22a, letting the gap of this front edge side 21a and the undersurface of the aforementioned web W pass, and making 10 - 80% of the aforementioned 1st application liquid A of the total amount of liquid supply ****. A front edge may not be restricted to a flat side like drawing 1 , and may be an approximate circle arc surface etc.

[0027] The **** style A1 of the aforementioned 1st application liquid A by setting up the ***** within the limits of 10 - 80% of the total amount of liquid supply The aforementioned **** style A1 which **** in accordance with the external surface of the aforementioned front edge block 21 of an upstream from on the meniscus of the aforementioned 1st application liquid A on the aforementioned front edge side 21a, and this front edge side 21a, respectively Even if it extracts the ***** to necessary minimum, while generating of an unsteady vibration which makes application unevenness failure induce is suppressed, it is maintained by the state stabilized extremely where the company air of the aforementioned web W and invasion of a foreign matter are prevented effectively, and thin layer-ization of the aforementioned paint film can be attained. Moreover, the thickness of a paint film can be adjusted by adjusting ***** A1 of application liquid A by 10 - 80% of within the limits.

[0028] Paint film thickness is web tension and the 1st tangent T1 in addition to this. It can adjust also by adjusting the gap g with a front edge. Adjustment of Gap g can be performed by adjusting adjustment of the physical relationship of an upstream support roller and a coater, or the difference of the height of a front edge and the 1st doctor edge.

[0029] Moreover, if a part of doctor edge side [at least] of a downstream has projected, since the upper thin layer nature will improve, it is more desirable than the tangent drawn from the aforementioned 1st doctor edge down-stream edge towards the peripheral surface in contact with the base material of the support roller located immediately after a coater.

[0030] this invention method furthermore, the aforementioned web W which passed through the aforementioned 1st doctor edge side 22a top The 1st tangent T1 of the above Since it is made to secede from the down-stream edge edge angle theta of the aforementioned 1st doctor edge side 22a which received and was set up within the limits of 40-140 degrees and made to transport towards a downstream Generating of application stripe failure is suppressed by breaking away, where the paint film front face of the aforementioned 1st application liquid A with which the undersurface of the aforementioned web W was plastered is stabilized from the aforementioned down-stream edge edge angle theta. In addition, the aforementioned web angle of approach alpha can be easily adjusted and set up by moving the axis of the aforementioned upstream support roller SR 1 up and down.

[0031] this invention method using the coater 20 shown in drawing 2 The aforementioned web W which seceded from the aforementioned down-stream edge edge angle theta of the aforementioned 1st doctor edge side 22a Downstream support roller SR 2 The 2nd tangent T2 which connects 2nd doctor edge side 25a of the 2nd doctor edge block 25 of a shell On the paint film of the aforementioned 1st application liquid A which meets and is in a damp or wet condition After passing the convex surface top of this 2nd doctor edge side 25a, carrying out the multistory application of the paint film of another 2nd application liquid B, The aforementioned upstream support roller SR 1 The 1st tangent T1 of the above which connects 1st doctor edge side of the shell above 22a The aforementioned downstream support roller SR 2 The 2nd tangent T2 of the above which connects 2nd doctor edge side of the shell above 25a The web angle of departure beta set up within the limits of 40-140 degrees to make With, it is made to

secede from the down-stream edge of this 2nd doctor edge side 25a, and is the aforementioned downstream support roller SR 2. Since it is made to turn and transport While the aforementioned down-stream edge edge angle theta of the aforementioned 1st doctor edge side 22a classifies the interface of both layers clearly, the aforementioned web angle of departure beta in the aforementioned 2nd doctor edge side 25a suppresses a BATATSUKI run of the aforementioned web W.

[0032] In addition, although the aforementioned 1st application liquid A and the aforementioned 1st application liquid B were explained as magnetic substance dispersion liquid which all consist of an organic solvent which has compatibility mutually, and a binder It is also possible to carry out the thin layer application of each paint film in the state of humid multistory, making the aforementioned 1st application liquid A into the aforementioned non-magnetic material dispersion liquid, and adjusting suitably the compatibility of an organic solvent and a binder, mutual surface tension, boundary tension, a spreading coefficient, etc. by making the aforementioned 1st application liquid B into magnetic substance dispersion liquid.

[0033]

[Effect of the Invention] By the method of application of this invention letting the aforementioned base material and the gap formed in respect of [aforementioned] a front edge pass, and ****(ing) a paint film in the state where 10 - 80% of the discharge quantity of the 1st application liquid was made to overflow In order that a front edge and a base material may not contact directly and mixing of about [not generating **** of a base material] and air may not occur, either, Even if it extracts ***** of the aforementioned 1st application liquid to necessary minimum, while suppressing generating of an unsteady vibration which makes the aforementioned application unevenness failure induce, it maintains in the state where prevented effectively the company air of the aforementioned web, and invasion of a foreign matter, and it was stabilized extremely, and a thin uniform application is attained. Under the present circumstances, in order to keep **** of application liquid uniformly stable, the viscosity of application liquid becomes important. By making high the so-called quiescence viscosity measured by the Brookfield viscometer, there is an effect which inhibits mixing of the air in the doctor edge section. Furthermore, the edge of the down-stream edge of the 1st doctor edge side has the effect which inhibits disorder of the interface of the layer formed with application liquid, and another layer on which it is superimposed on it.

[0034]

[Example] The new effect of this invention method is further clarified according to an example.

Examples 1-3, examples 1-3 of comparison Base material Polyethylene terephthalate with a thickness of 60 micrometers Application speed 300 m/min Tension 20 kgf/m width of face Die No.1 Example a= 40 micrometers, gamma=15 degrees, g= 15 micrometers Example of comparison As a= 25 micrometers, gamma= 15 degrees, and g=0 application liquid, after mixing the following component composition with a continuation kneader, what filtered the methyl ethyl ketone using the filter which has 40 ***** and a 1-micrometer average aperture to the dispersion liquid which were distributed using the sand mill and obtained was used.

[0035]

Application liquid 1 Ferromagnetic metal powder Composition Fe/Zn/nickel=92/4/4 The 100 sections Average major-axis length 0.2 micrometers Needlelike ratio 10 Vinyl chloride system copolymer The 12 sections Polymerization degree 300 Methyl ethyl ketone The 90 sections Cyclohexane The 100 sections Quiescence viscosity 10P High share viscosity 20 centipoises [0036] With the specification shown in drawing 3, it applied by changing the rate of the extravasation (the amount of extravasation / discharge quantity) (x100), and humid paint film thickness. In addition, the example 1 of comparison applied to JP,5-8065,B by the method of a publication. The result of Table 1 was obtained as a result of the experiment.

[0037]

[Table 1]

	吐出率 (%)	湿潤塗膜厚み (μm)	面性
実施例1	10	1.2	良好
実施例2	50	1.8	良好
実施例3	80	2.4	良好
比較例1	0	9.5(層層限界)	良好
比較例2	5	ムラのため測定不能	ムラ発生
比較例3	90	ムラのため測定不能	ムラ発生

[0038] Although the thin uniform application was possible in the examples 1-3 as shown in Table 1, in the example 1 of comparison, it could apply only to the thickness of 9.5 micrometers, but nonuniformity was in **** in the examples 2 and 3 of comparison.

[0039]

Examples 4-6, examples 4-6 of comparison Base material Polyethylene terephthalate with a thickness of 6 micrometers Application speed 100 m/min Tension 15 kgf/m width of face Die No.2 Example a= 30 micrometers, gamma= 10 degrees, g= 23 micrometers phi= 5 degrees, h= 20 micrometers Example of comparison a= 30 micrometers, gamma= 15 degrees, g= 0 As phi= 5 degrees and h= 20-micrometer application liquid, after mixing the following component composition with a continuation kneader, what filtered the methyl ethyl ketone using the filter which has 40 ***** and a 1-micrometer average aperture to the dispersion liquid which were distributed using the sand mill and obtained was used.

[0040]

Lower layer (application liquid A) Application liquid 2 Upper layer (application liquid B) Application liquid 1 The upper humid

application thickness 2-micrometer application liquid 2 TiO₂ Powder The 100 sections Mean particle diameter 0.05 micrometers Vinyl chloride system copolymer The ten sections Polymerization degree 300 Cyclohexane The 200 sections Quiescence viscosity 2P High share viscosity 40 centipoises [0041] With the specification shown in drawing 4, it applied by changing the rate of the extravasation, and humid paint film thickness. In addition, the example 4 of comparison applied to the patent No. 2581975 specification by the method of a publication. The result of Table 2 was obtained as a result of the experiment.

[0042]

[Table 2]

	吐出率(%)	塗膜厚み(μm)	面性
実施例4	10	0.8	良好
実施例5	50	1.5	良好
実施例6	80	2	良好
比較例4	0	9.8(薄膜限界)	良好
比較例5	5	ムラのため測定不能	ムラ発生
比較例6	90	ムラのため測定不能	ムラ発生

[0043] Although the thin uniform application was possible in the examples 4-6 as shown in Table 2, in the example 4 of comparison, it could apply only to the thickness of 9.8 micrometers, but nonuniformity was in **** in the examples 5 and 6 of comparison.

[0044] It applied by adjusting a base material tension in the range of 10 - 20 kgf/m width of face so that Gap g might be changed by changing height a and an angle theta on condition that drawing 3 using the die of the nose-of-cam configuration shown in example 7 drawing 3 and it might be set to 1.0 micrometers according to a damp or wet condition by application speed 200 m/min on a polyethylene terephthalate with a thickness of 6 micrometers. In addition, it applied at 50% of rates of the extravasation using application liquid 1. A result is shown in Table 3.

[0045]

[Table 3]

高さa	角度θ	間隙g	塗布面の状況
30 μm	12°	17 μm	良好
30 μm	14°	10 μm	良好
30 μm	15°	5 μm	若干ムラあり
35 μm	15°	10 μm	良好
40 μm	15°	15 μm	良好

[0046] Although nonuniformity was in the application side a little when Gap g was 5 micrometers as shown in Table 3, **** was good when Gaps g were 17 micrometers, 10 micrometers, and 15 micrometers.

[0047] In the die shown in example 8 drawing 4, height a is set as 40 micrometers, an angle theta is set as 15 degrees, and they are the inside of the material of application liquid 1 and 2, and gamma-Fe₂O₃. About various liquid into which the compounding ratio of powder, a vinyl chloride copolymer, and a methyl ethyl ketone was changed, quiescence viscosity and high share viscosity were measured and application fitness was investigated. In addition, a base material is a polyamide with a thickness of 4 micrometers, a tension is 10 kgf/m width of face, and application speed is 150 m/min. A result is shown in drawing 5.

[0048] As shown in drawing 5, quiescence viscosity is 1-100P, and, as for the application liquid of ten to 50 centipoise, high share viscosity was applied good. On the other hand, quiescence viscosity was lower than 1P, and low application liquid had high share viscosity] application nonuniformity in the application side in part from 50 centipoises. Moreover, quiescence viscosity is 1-100, and air was mixing the application liquid with high share viscosity higher than 50 centipoises in the application side in part.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-229262
(P2000-229262A)

(43) 公開日 平成12年8月22日 (2000.8.22)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	マークシート (参考)
B 0 5 D 1/26		B 0 5 D 1/26	Z 4 D 0 7 5
G 1 1 B 5/84		G 1 1 B 5/84	Z 5 D 1 1 2

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願平11-31671

(22) 出願日 平成11年2月9日 (1999.2.9)

(71) 出願人 000005201

富士写真フイルム株式会社
神奈川県南足柄市中沼210番地

(72) 発明者 都丸 美喜男

神奈川県小田原市原町2丁目12番1号 富士写真フイルム株式会社内

(72) 発明者 小松 和則

神奈川県小田原市原町2丁目12番1号 富士写真フイルム株式会社内

(74) 代理人 100073874

弁理士 萩野 平 (外4名)

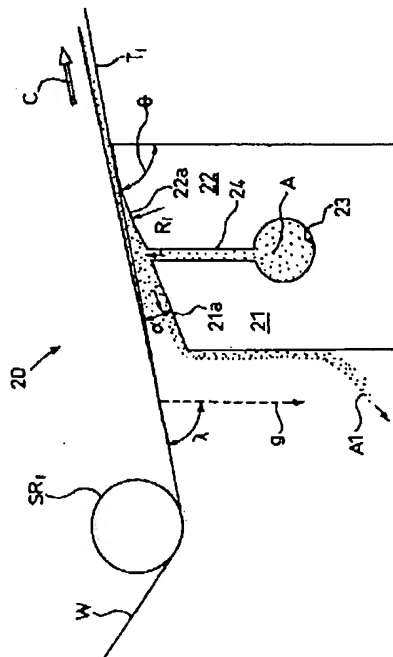
Fターム (参考) 4D075 AC04 AC93 AC94 AC96 AE03
CA48 DA04 DB31 DC28 EA05
5D112 CC01 CC07 CC08 CC10

(54) 【発明の名称】 塗布方法

(57) 【要約】

【課題】 従来技術の問題点を解消し、塗膜の品質を良好に維持して高速で薄層化が可能な塗布方法を提供する。

【解決手段】 本発明の塗布方法は、前記支持体と前記フロントエッジ面で形成される間隙を通して、第1塗布液の吐出量の10～80%を溢れ出させた状態で塗膜を層設するので、第1塗布液の吐出量を必要最小限に絞っても、塗布むら故障を誘発させる非定常な振動の発生を抑制するとともに、ウェブの同伴空気及び異物の侵入を効果的に阻止して極めて安定した状態に維持し、かつ塗膜の薄層化を図ることを可能にする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 サポートローラ間に装架されて走行する可撓性支持体に、フロントエッジ面と少なくとも1つのドクターエッジ面とを有するエクストルージョン型塗布ヘッドを押し付けて、少なくとも1つのスロットから吐出される塗布液を塗布して少なくとも1層の塗膜を層設する塗布方法において、

前記支持体と前記フロントエッジ面で形成される間隙を通して、第1塗布液の吐出量の10～80%を溢れ出させた状態で塗膜を層設することを特徴とする塗布方法。

【請求項2】 上流側サポートローラの外周面から第1ドクターエッジ面を結ぶ接線と、フロントエッジブロックのフロントエッジ面との最短距離を10 μ m以上に設定して塗膜を層設することを特徴とする請求項1に記載の塗布方法。

【請求項3】 静止粘度が1ポアズ以上で且つせん断速度10000sec⁻¹での粘度が50センチポアズ以下となるように調整された第1塗布液を溢れ出させた状態で塗膜を層設することを特徴とする請求項1に記載の塗布方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】本発明は、エクストルージョン型塗布装置を用いて連続的に移送される長尺の可撓性帯状支持体の表面に、少なくとも一層の塗膜を層設する塗布方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、磁気記録媒体の塗布などの分野において、製品性能の向上に伴い機能層を高速で薄く塗布する研究が行われ、種々の提案がなされている。例えば、特公平4-5508号公報、同5-8065号公報等にそれぞれ可撓性支持体にエクストルージョン型塗布ヘッドを押し当てる塗布方式が開示されている。

【0003】図6は、特公平5-8065号公報に開示された塗布装置に準ずる装置の要部略図である。開示された従来のエクストルージョン型塗布ヘッド10は、上流側ウェブサポートローラ（図示せず）寄りに配設された凸曲状のフロントエッジ面11aを有するフロントエッジ・ブロック11と、該フロントエッジ面11aから下流側ウェブサポートローラ（図示せず）寄りに若干の段差を付けて全体的に後退した凸曲状のドクターエッジ面12aを有するドクターエッジ・ブロック12と、前記フロントエッジ・ブロック11と前記ドクターエッジ・ブロック12をわずかな間隔を以て分離し、ポケット部13から塗布液Aを連続的に供給するスロット14からなっている。

【0004】更に、前記塗布ヘッド10は、前記フロントエッジ面11aのスロット出口端部における該フロントエッジ面11aの第1接線t₁と、前記ドクターエッジ面12aの後端部における該ドクターエッジ面12aの第

2接線t₂とのなす角 θ_1 と、前記第2接線t₂と前記フロントエッジ面11aのスロット出口端部から前記ドクターエッジ面12aを結ぶ第3接線t₃とのなす角 θ_2 が、 $\theta_1 < \theta_2 < 180^\circ$ の大小関係にあり、かつ前記フロントエッジ面11aは、前記上流側ウェブサポートローラ寄りに可撓性支持体Wの下面に対して近接するような相対位置関係にある。

【0005】前記上流側ウェブサポートローラを通過した可撓性支持体Wは、前記フロントエッジ面11a、前記スロット14の出口及び前記ドクターエッジ面12a上を順次巻き付くようにして前記下流側ウェブサポートローラに向けて矢印Cの方向に連続的に移送される間、前記スロット14の出口近傍に供給された前記塗布液Aの供給量及び液圧、ウェブ張力、 $\theta_1 < \theta_2 < 180^\circ$ の大小関係に基づく前記フロントエッジ面11aと前記ドクターエッジ面12aの形態等の諸因子の組み合わせ効果によって、前記フロントエッジ面11aから上流側への前記塗布液Aの溢出を阻止するに足るわずかな間隙を該フロントエッジ面11a上で付与される。

【0006】また、前記間隙内には前記塗布液Aのメニスカスが形成されて、上流側から移送される前記可撓性支持体Wに付着した異物及び同伴空気の侵入を阻止する一方、前記段差により形成された塗布点近傍の液溜部の塗り着け作用によって前記ドクターエッジ面12aの後端部から離脱する前記可撓性支持体Wの下面には、湿润状態で約10 μ mの厚さまで薄層化された塗膜が得られる。

【0007】一方、特公平4-5508号公報に開示された塗布ヘッドは、そのフロントエッジ面が、前述した特公平5-8065号公報に開示されたエクストルージョン型塗布ヘッド10におけるフロントエッジ面11aと異なり、前記可撓性支持体Wとのわずかな間隙から前記塗布液Aの余剰分を上流側の塗布ヘッド外に溢出させ、その溢出流によって前記可撓性支持体Wに付着した異物及び同伴空気の侵入を阻止するように構成されている。更に、この塗布ヘッドは、フロントエッジ・ブロックからスロットを介して二個のドクターエッジ・ブロックを隣接させ、前記可撓性支持体Wの下面において前記塗布液Aの湿润状態にある塗膜上に別の塗布液の塗膜を重ね塗布するものである。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】しかし、この方法においても、その後の更なる塗布層の薄層化、例えば、塗布層をいわゆる湿润状態で10 μ m以下にしようとする場合等では対応が困難であった。それは、薄層化により上流側の自由表面が不安定化し、塗膜へのエアの混入が顕著となり、いわゆる薄塗りスジ等の故障が発生するためである。そこで、ドクターエッジの曲率半径を小さくしたり、可撓性支持体のテンションを上げることによりドクターエッジ上での液圧を上昇させることでエアの

混入をある程度抑止する方法が採られるが、逆に自由表面がダイエッジ先端部に溜まらずに上流側に移動することで膜が不均一化してしまうという問題が生じていた。また、薄層化に伴い、本来極めて狭い隙間を維持しているところのフロントエッジと前記可撓性支持体との距離が、より近接し、微妙な速度変動やテンション変動、或いは前記可撓性支持体の表面性等に起因して、前記フロントエッジに前記可撓性支持体が接触する場合が不可避免的に発生する。その結果、支持体表面の削れが発生したり、局所的に支持体に変形して、その結果、塗布スジの原因となったり、塗布層や支持体自身に傷が発生させたりするなど悪影響を及ぼす場合もある。

【0009】また、特公平4-5508号公報に開示された塗布ヘッドは、高速薄層化に伴って前記フロントエッジ面から上流側の塗布ヘッド外に溢出させる前記塗布液Aの余剰分の流量と、前記可撓性支持体Wと前記フロントエッジ面との間隙を適正に設定しないと、前記塗布液Aの溢出流が非正常な振動を伴った不均一な流動状態を招き、その結果、塗布むらあるいは同伴空気及び異物の侵入によるスジ故障が発生し易い。

【0010】本発明の目的は、前述した従来技術の問題点を解消し、塗膜の品質を良好に維持して高速で薄層化が可能な塗布方法を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明の上記目的は、下記構成により達成される。

(1) サポートローラ間に装架されて走行する可撓性支持体に、フロントエッジ面と少なくとも1つのドクターエッジ面とを有するエクストルージョン型塗布ヘッドを押し付けて、少なくとも1つのスロットから吐出される塗布液を塗布して少なくとも1層の塗膜を層設する塗布方法において、前記支持体と前記フロントエッジ面で形成される間隙を通して、第1塗布液の吐出量の10～80%を溢れ出させた状態で塗膜を層設することを特徴とする塗布方法。

【0012】(2) 上流側サポートローラの外周面から第1ドクターエッジ面を結ぶ接線と、フロントエッジブロックのフロントエッジ面との最短距離を10 μ m以上に設定して塗膜を層設することを特徴とする前記

(1)に記載の塗布方法。

【0013】(3) 静止粘度が1ポアズ以上で且つせん断速度10000 sec^{-1} での粘度が50センチポアズ以下となるように調整された第1塗布液を溢出させた状態で塗膜を層設することを特徴とする前記(1)に記載の塗布方法。

【0014】

【作用】本発明の塗布方法は、前記支持体と前記フロントエッジ面で形成される間隙を通して、第1塗布液の吐出量の10～80%を溢れ出させた状態で塗膜を層設することにより、フロントエッジと支持体は直接接

ず、支持体の削れを発生させないばかりか、エアの混入も起きないため、薄く均一な塗布が可能となる。この際、塗布液の溢出を一様で且つ安定に保つために塗布液の粘度が重要となる。ブルックフィールド粘度計で測定されるいわゆる静止粘度を高くすることで、ドクターエッジ部でのエアの混入を抑止する効果がある。更に、第1ドクターエッジ面の下流端のエッジは、塗布液により形成される層とその上に重畳される別の層との界面の乱れを抑止する効果がある。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明の塗布方法の一実施形態について、添付した図面に基づき以下に詳述する。図1及び図2は本発明の塗布方法を実施するためのエクストルージョン型塗布装置20の要部を示す略図であり、図1の塗布装置20は一層塗布用装置を、また図2の塗布装置20は二層塗布用装置をそれぞれ示したものである。

【0016】図1の塗布装置20を用いた本発明の塗布方法において、上流側ウェブサポートローラSR₁の外周面に支持されて矢印Cの方向に連続的に移送される長尺の可撓性帯状支持体W（以下、ウェブと称する）は、その下面がまずエクストルージョン型塗布装置20におけるフロントエッジ・ブロック21のフロントエッジ面21aに漸近し、引き続きポケット部23を経て圧送される第1塗布液Aを上方に連続的に供給するスロット24の出口を通過し、次に第1ドクターエッジ・ブロック22の凸曲状の第1ドクターエッジ面22aに最接近した後、下流側ウェブサポートローラ（図示せず）の外周面に向けて前記第1ドクターエッジ面22aから離脱するように移送される。なお、前記第1塗布液Aは、その用途に応じて磁性体分散液あるいは非磁性体分散液が適用されるが、前記第1塗布液Aを磁性体分散液として以下に説明する。

【0017】本発明におけるウェブWは、一般に、その幅が0.3～3m、長さが45～10,000m、厚さが2～200 μ mのポリエチレンテレフタレート、ポリエチレン-2,6-ナフタレート、セルロースダイアセテート、セルローストリアセテート、セルロースアセテートプロピオネート、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリカーボネート、ポリイミド、ポリアミド等のプラスチックフィルム、紙、紙にポリエチレン、ポリプロピレン、エチレンブテン共重合体等の炭素数が2～10の α -ポリオレフィン類を塗布またはラミネートした紙、アルミニウム、銅、錫等の金属箔、等からなる可撓性帯状物あるいは該帯状物を基材としてその表面に加工層を形成した帯状物が含まれる。また、これらウェブWに接着層などの機能層を予め塗布し、乾燥或いは固化させたものも用いることができる。

【0018】塗布液の成分は製品の機能に基づき自由に選択され得る。また、本発明の塗布方法では下層である塗布液Aとその上に塗り重ねられる塗布液Bは異なる組

成の液を用いることができる。例えば本発明を磁気記録媒体の塗布に用いる場合は、塗布液Aとして無機粉体分散液を用い、塗布液Bとして磁性粉体分散液などを用いることや、塗布液A、塗布液Bとも特性の異なる磁性体を分散した液などを用いることができる。前記磁性体分散液の主成分である強磁性微粉末は、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、Co含有の $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、 Fe_3O_4 、Co含有の Fe_3O_4 、 $\gamma\text{-FeOx}$ 、Co含有の $\gamma\text{-FeOx}$ ($X=1.33\sim1.50$)、 CrO_2 、Co-Ni-P合金、Co-Ni-Fe-B合金、Fe-Ni-Zn合金、Ni-Co合金、Co-Ni-Fe合金等の公知の強磁性微粉末が使用でき、これら強磁性微粉末の粒子サイズは約 $0.005\sim1\mu\text{m}$ の長さで、軸長/軸幅の比は、 $1/1\sim50/1$ 程度である。また、これらの強磁性微粉末の比表面積は、 $1\text{m}^2/\text{g}\sim70\text{m}^2/\text{g}$ 程度である。更に、強磁性微粉末として、板状六方晶のバリウムフェライトも使用でき、バリウムフェライトの粒子サイズは約 $0.001\sim1\mu\text{m}$ の直径で、厚みが直径の $1/2\sim1/20$ である。バリウムフェライトの比重は $4\sim6\text{g/cc}$ で、比表面は $1\text{m}^2/\text{g}\sim70\text{m}^2/\text{g}$ である。

【0019】また、磁性体分散液は前記強磁性微粉末とともにバインダーが使用される。使用されるバインダーは、従来公知の熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、反応型樹脂やこれらの混合物が挙げられる。熱可塑性樹脂としては、軟化温度が 150°C 以下、平均分子量が $10,000\sim300,000$ 、重合度が約 $50\sim2,000$ 程度のもので、例えば塩化ビニル酢酸ビニル共重合体、塩化ビニル塩化ビニリデン共重合体、塩化ビニルアクリロニトリル共重合体、アクリル酸エステルアクリロニトリル共重合体、アクリル酸エステル塩化ビニリデン共重合体、アクリル酸エステルスチレン共重合体、メタクリル酸エステルアクリロニトリル共重合体、メタクリル酸エステル塩化ビニリデン共重合体、メタクリル酸エステルスチレン共重合体、ウレタンエラストマー、ナイロン-シリコン系樹脂、ニトロセルロース-ポリアミド樹脂、ポリフッ化ビニル、塩化ビニリデンアクリロニトリル共重合体、ブタジエンアクリロニトリル共重合体、ポリアミド樹脂、ポリビニルブチラール、セルロース誘導体（セルロースアセテートブチレート、セルロースジアセテート、セルローストリアセテート、セルロースプロピオネート、ニトロセルロース等）、スチレンブタジエン共重合体、ポリエステル樹脂、クロロビニルエーテルアクリル酸エステル共重合体、アミノ樹脂、各種の合成ゴム系の熱可塑性樹脂及びこれらの混合物等が使用される。

【0020】熱硬化性樹脂または反応型樹脂としては、塗布液の状態では $200,000$ 以下の分子量のもので、磁性層形成用組成物を塗布し、乾燥させた後、加熱すると、縮合、付加等の反応を生じて分子量が無限大の

ものとなり得る。また、これらの樹脂の中で、樹脂が熱分解するまでの間に軟化または溶融しないものであることが望ましい。具体的には、例えばフェノール樹脂、エポキシ樹脂、硬化型ポリウレタン樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、アルキッド樹脂、シリコン樹脂、反応型アクリル系樹脂、エポキシポリアミド樹脂、ニトロセルロースメラミン樹脂、高分子量ポリエステル樹脂とイソシアネートプレポリマーの混合物、メタクリル酸塩共重合体とジイソシアネートプレポリマーの混合物、ポリエステルポリオールとポリイソシアネートとの混合物、尿素ホルムアルデヒド樹脂、低分子量グリコール/高分子量ジオール/トリフェニルメタントリイソシアネートの混合物、ポリアミド樹脂及びこれらの混合物などがある。なお、バインダー中に分散する強磁性微粉末、溶剤、また添加剤としての分散剤、潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤及び非磁性支持体等は従来使用されていたものが同様に使用される。

【0021】分散剤は、カプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、エライジン酸、リノール酸、リノレン酸、ステアロール酸等の炭素数 $12\sim18$ 個の脂肪酸 (R_1COOH 、 R_1 は炭素数 $1\sim17$ 個のアルキルまたはアルケニル基)；前記の脂肪酸のアルカリ金属 (Li 、 Na 、 K 等)またはアルカリ土類金属 (Mg 、 Ca 、 Ba)からなる金属石鹸；前記の脂肪酸エステルの弗素を含有した化合物；前記の脂肪酸のアミド；ポリアルキレンオキサイドアルキルリン酸エステル；レジチン；トリアルキルポリオレフィンオキシ第四アンモニウム塩 (アルキルは炭素数 $1\sim5$ 個、オレフィンエチレン、プロピレンなど)；等が使用される。この他に炭素数 12 以上の高級アルコール、及びこれらの他に硫酸エステル等も使用可能である。

【0022】潤滑剤は、前述の分散剤もその効果が認められるが、ジアルキルポリシロキサン (アルキルは炭素数 $1\sim5$ 個)、ジアルコキシポリシロキサン (アルコキシは炭素数 $1\sim4$ 個)、モノアルキルモノアルコキシポリシロキサン (アルキルは炭素数 $1\sim5$ 個、アルコキシは炭素数 $1\sim4$ 個)、フェニルポリシロキサン、フロロアルキルポリシロキサン (アルキルは炭素数 $1\sim5$ 個)などのシリコンオイル、グラファイトなどの導電性微粉末；二硫化モリブデン、二酸化タングステンなどの無機微粉末；ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエチレン塩化ビニル共重合体、ポリテトラフルオロエチレンなどのプラスチック微粉末； α -オレフィン重合体；常温で液状の不飽和脂肪酸炭化水素 (二重結合が末端の炭素に結合した α -オレフィン、炭素数約 20)；炭素数 $12\sim20$ 個の一塩基性脂肪酸と炭素数 $3\sim12$ 個の一価のアルコールからなる脂肪酸エステル類、フルオロカーボン類等が使用できる。

【0023】研磨剤は、溶融アルミナ、炭化ケイ素、酸

化クロム (Cr_2O_3)、コランダム、人造コランダム、ダイヤモンド、人造ダイヤモンド、ザクロ石、エメリー（主成分：コランダムと磁鉄鉱）等が使用される。帯電防止剤は、カーボンブラック、カーボンブラックグラフトポリマーなどの導電性微粉末：サポニンなどの天然界面活性剤：アルキレンオキサイド系、グリセリン系、グリシドール系などのノニオン界面活性剤：高級アルキルアミン類、第4級アンモニウム塩類、ヒリジンその他の複素環類、ホスホニウム又はスルホニウム類などのカチオン界面活性剤：カルボン酸基、スルホン酸基、燐酸基、硫酸エステル基、燐酸エステル基等の酸性基を含むアニオン界面活性剤：アミノ酸類、アミノスルホン酸類、アミノアルコールの硫酸または燐酸エステル類等の両性活性剤などが使用される。

【0024】磁性体分散液に使用する有機溶媒、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン系：酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸ブチル、乳酸エチル、酢酸グリコールモノエチルエーテル等のエステル系：ベンゼン、トルエン、キシレン等のタール系（芳香族炭化水素）：メチレンクロライド、エチレンクロライド、四塩化炭素、クロロホルム、エチレンクロロヒドリン、ジクロロベンゼン等の塩素化炭化水素等がある。前記有機溶剤の量は、磁性微粉末の2～3倍である。バインダー100重量部に対して、分散剤は0.5～20重量部、潤滑剤は0.2～20重量部、研磨剤は0.5～20重量部、帯電防止剤として使用する導電性微粉末は0.2～20重量部、同じく帯電防止剤として使用する界面活性剤は0.1～10重量部である。前記磁性粉末、結合剤、分散剤、潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤、溶剤等は混練されて磁性体分散液となる。

【0025】ウェブWに最も近い層を形成する塗布液Aについては、その粘度を注意深く調整する必要がある。ブルックフィールド粘度計にて測定されるいわゆる静止粘度が1ポアズ以上で且つトロビスコ粘度計にて測定されるせん断速度10000 sec^{-1} での粘度が50センチポアズ以下となるように固形分量や結合剤量を調整する。同時に2層以上塗布する場合には、すべての塗布液のせん断速度10000 sec^{-1} での粘度の差が10センチポアズ以内となるように調整することにより、各層の界面の乱れを少なくすることができる。

【0026】図1に示した本発明方法に適用される塗布装置20は、前記上流側サポートローラSR₁から前記第1ドクタエッジ面22aを結ぶ第1接線T₁に沿ってウェブ張力を5～50 kg/m の範囲内に設定されて移送される前記ウェブWの下面に対し、前記フロントエッジ面21aの略平坦な傾斜面を前記第1接線T₁よりも下側で上流側サポートローラSR₁に対して後退するように設定することを特徴としている。前述したフロントエッジ面21aを利用する本発明方法は、該フロントエ

ッジ面21aと前記ウェブWの下面との間隙を通して、全給液量の10～80%の前記第1塗布液Aを溢出させながら、前記第1ドクタエッジ面22aのメタリング作用によって所望する厚さの前記第1塗布液Aの塗膜を層設する。フロントエッジは図1のような平坦面に限られるものではなく、略円弧面などであってもよい。

【0027】前記第1塗布液Aの溢出流A1は、その溢出量を全給液量の10～80%の範囲内に設定することによって、前記フロントエッジ面21a上の前記第1塗布液Aのメニスカス及び該フロントエッジ面21a上から上流側の前記フロントエッジ・ブロック21の外面に沿って溢出する前記溢出流A1はそれぞれ、その溢出量を必要最小限に絞っても、塗布むら故障を誘発させる非定常な振動の発生が抑制されるとともに、前記ウェブWの同伴空気及び異物の侵入が効果的に阻止される極めて安定した状態に維持され、かつ前記塗膜の薄層化が図れる。また、塗布液Aの溢出量A1を10～80%の範囲内で調整することによって、塗膜の厚みを調整することができる。

【0028】塗膜厚みはこれ以外にウェブ張力、第1接線T₁とフロントエッジとの間隙gを調整することによっても調整できる。間隙gの調整は、上流側サポートローラと塗布装置の位置関係の調整或いはフロントエッジと第1ドクタエッジの高さの差を調整することによって行うことができる。

【0029】また、前記第1ドクタエッジ下流端から、塗布装置直後に位置するサポートローラの、支持体に接触している周面に向けて引いた接線より、下流側のドクタエッジ面の少なくとも一部が突出していると、上層の薄層性が向上するので望ましい。

【0030】更に、本発明方法は、前記第1ドクタエッジ面22a上を通過した前記ウェブWを、前記第1接線T₁に対して40～140°の範囲内に設定された前記第1ドクタエッジ面22aの下流端部エッジ角θから離脱させ、下流側に向けて移送させるので、前記ウェブWの下面に塗着した前記第1塗布液Aの塗膜表面が前記下流端部エッジ角θから安定した状態で離脱することによって塗布スジ故障の発生を抑制する。なお、前記ウェブ進入角αは、前記上流側サポートローラSR₁の軸芯を上下に移動させることによって容易に調節、設定できる。

【0031】図2に示した塗布装置20を用いた本発明方法は、前記第1ドクタエッジ面22aの前記下流端部エッジ角θから離脱した前記ウェブWを、下流側サポートローラSR₂から第2ドクタエッジ・ブロック25の第2ドクタエッジ面25aを結ぶ第2接線T₂に沿って湿潤状態にある前記第1塗布液Aの塗膜上に、別の第2塗布液Bの塗膜を重ね塗布しながら該第2ドクタエッジ面25aの凸曲面上を通過させた後、前記上流側サポートローラSR₁から前記第1ドクタエッジ面22aを結

ぶ前記第1接線 T_1 と前記下流側サポートローラ SR_2 から前記第2ドクタエッジ面25aを結ぶ前記第2接線 T_2 とのなす $40^\circ \sim 140^\circ$ の範囲内に設定されたウェブ離脱角 θ を以て該第2ドクタエッジ面25aの下流端部から離脱させ、前記下流側サポートローラ SR_2 に向けて移送させるので、前記第1ドクタエッジ面22aの前記下流端部エッジ角 θ が両層の境界面を明確に区分する一方、前記第2ドクタエッジ面25aにおける前記ウェブ離脱角 θ が前記ウェブWのバタツキ走行を抑制する。

【0032】なお、前記第1塗布液A及び前記第1塗布液Bはいずれも、互いに相溶性を有する有機溶媒とバインダからなる磁性体分散液として説明したが、前記第1塗布液Aを前記非磁性体分散液とし、前記第1塗布液Bを磁性体分散液として、有機溶媒とバインダの相溶性、相互の表面張力、界面張力、拡張係数等を適宜調整しながら各塗膜を湿潤重層状態で薄層塗布することも可能である。

【0033】

【発明の効果】本発明の塗布方法は、前記支持体と前記*

実施例1～3、比較例1～3

支持体	厚み60 μ mのポリエチレンテレフタレート
塗布速度	300m/min
テンション	20kgf/m幅
ダイNo.1	実施例 a=40 μ m、 $r=15^\circ$ 、 $g=15\mu$ m
	比較例 a=25 μ m、 $r=15^\circ$ 、 $g=0$

塗布液として、下記成分組成を連続ユーズで混合した ※するフィルタを用いてろ過したものを用いた。
後、サンドミルを用いて分散させて得られた分散液にメ
チルエチルケトンに40部加え、1 μ mの平均孔径を有※

塗布液1

強磁性金属粉末	
組成 Fe/Zn/Ni=92/4/4	100部
平均長軸長 0.2 μ m	針状比 10
塩化ビニル系共重合体	12部
重合度 300	
メチルエチルケトン	90部
シクロヘキサン	100部
静止粘度 10ポアズ	
ハイシェア粘度 20センチポアズ	

【0036】図3に示す仕様により、吐出率（（吐出量 40★果が得られた。

／吐出量） $\times 100$ ）と湿潤塗膜厚みとを変えて塗布を 【0037】

行った。なお、比較例1は特公平5-8065号公報に 【表1】

記載の方法により塗布を行った。実験の結果、表1の結★

*フロントエッジ面で形成される間隙を通して、第1塗布液の吐出量の10～80%を流れ出させた状態で塗膜を層設することにより、フロントエッジと支持体は直接接触せず、支持体の削れを発生させないばかりか、エアの混入も起きないため、前記第1塗布液の吐出量を必要最小限に較べても、前記塗布むら故障を誘発させる非定常な振動の発生を抑制するとともに、前記ウェブの同伴空気及び異物の侵入を効果的に阻止して極めて安定した状態に維持し、かつ薄く均一な塗布が可能となる。この際、塗布液の吐出を一様で且つ安定に保つために塗布液の粘度が重要となる。ブルックフィールド粘度計で測定されるいわゆる静止粘度を高くすることで、ドクターエッジ部でのエアの混入を抑止する効果がある。更に、第1ドクターエッジ面の下流端のエッジは、塗布液により形成される層とその上に重畳される別の層との界面の乱れを抑止する効果がある。

【0034】

【実施例】本発明方法の新規な効果を実施例によって一層明確にする。

	吐出率(%)	湿潤塗膜厚み(μm)	面性
実施例1	10	1.2	良好
実施例2	50	1.8	良好
実施例3	80	2.4	良好
比較例1	0	9.5(薄膜限界)	良好
比較例2	5	ムラのため測定不能	ムラ発生
比較例3	90	ムラのため測定不能	ムラ発生

【0038】表1に示すように、実施例1～3では薄く *ラがあった。

均一な塗布が可能であったが、比較例1では9.5 μm 10 【0039】

の厚みまでしか塗布できず、比較例2, 3では面性にム*

実施例4～6、比較例4～6

支持体 厚み6 μm のポリエチレンテレフタレート

塗布速度 100m/min

テンション 15kgf/m幅

ダイNo.2 実施例 $a=30\mu\text{m}$ 、 $\gamma=10^\circ$ 、 $g=23\mu\text{m}$

$\phi=5^\circ$ 、 $h=20\mu\text{m}$

比較例 $a=30\mu\text{m}$ 、 $\gamma=15^\circ$ 、 $g=0$

$\phi=5^\circ$ 、 $h=20\mu\text{m}$

塗布液として、下記成分組成を連続ニーダで混合した 20 μm のフィルタを用いてろ過したものを用いた。

後、サンドミルを用いて分散させて得られた分散液にメ 【0040】

チルエチルケトンに40部加え、1 μm の平均孔径を有※

下層(塗布液A) 塗布液2

上層(塗布液B) 塗布液1

上層湿潤塗布厚み 2 μm

塗布液2

TiO₂ 粉末 100部

平均粒子径 0.05 μm

塩化ビニル系共重合体 10部

重合度 300

シクロヘキサン 200部

静止粘度 2ポアズ

ハイシェア粘度 40センチポアズ

【0041】図4に示す仕様により、吐出率と湿潤塗膜 ★た。実験の結果、表2の結果が得られた。

厚みとを変えて塗布を行った。なお、比較例4は特許第 【0042】

2581975号明細書に記載の方法により塗布を行つ★ 【表2】

	吐出率(%)	湿潤塗膜厚み(μm)	面性
実施例4	10	0.8	良好
実施例5	50	1.5	良好
実施例6	80	2	良好
比較例4	0	9.8(薄膜限界)	良好
比較例5	5	ムラのため測定不能	ムラ発生
比較例6	90	ムラのため測定不能	ムラ発生

【0043】表2に示すように、実施例4～6では薄く
均一な塗布が可能であったが、比較例4では9.8 μm
の厚みまでしか塗布できず、比較例5, 6では面性にム
ラがあった。

【0044】実施例7

図3に示す先端形状のダイを用い、図3の条件で、高さ ϕ 50

☆ a と角度 θ とを変えることで間隙 g を変更し、厚み6 μm
mのポリエチレンテレフタレート上に塗布速度200m
/minで湿潤状態で1.0 μm となるよう支持体テン
ションを10～20kgf/m幅の範囲で調整し塗布を
行った。なお、塗布液1を用い、吐出率50%で塗布を
行った。結果を表3に示す。

【0045】

* * 【表3】

高さa	角度 θ	間隙g	塗布面の状況
30 μ m	12°	17 μ m	良好
30 μ m	14°	10 μ m	良好
30 μ m	15°	5 μ m	若干ムラあり
35 μ m	15°	10 μ m	良好
40 μ m	15°	15 μ m	良好

【0046】表3に示すように、間隙gが5 μ mのときは塗布面に若干ムラがあったが、間隙gが17 μ m、10 μ m、15 μ mのときは面性が良好であった。

【0047】実施例8
図4に示したダイにおいて、高さaを40 μ m、角度 θ を15°に設定し、塗布液1及び2の材料中、 γ -Fe₂O₃粉末、塩化ビニル共重合体、メチルエチルケトン₂の配合比を変えたさまざまな液について、静止粘度とハイシエア粘度を測定し、塗布適性を調べた。なお、支持体は厚み4 μ mのポリアミドであり、テンションは10kgf/m幅、塗布速度は150m/minである。結果を図5に示す。

【0048】図5に示すように、静止粘度が1~100ポアズで、かつハイシエア粘度が10~50センチポアズの塗布液は、良好に塗布された。これに対し、静止粘度が1ポアズより低く、かつハイシエア粘度が50センチポアズより低い塗布液は、塗布面に一部塗布ムラがあった。また、静止粘度が1~100で、かつハイシエア粘度が50センチポアズより高い塗布液は、塗布面に一部エアーが混入していた。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の塗布方法を実施するためのエクストルージョン型一層塗布用装置の要部を示す略図である。

【図2】本発明の塗布方法を実施するためのエクストルージョン型二層塗布用装置の要部を示す略図である。

【図3】実施例に用いた塗布装置の要部を示す略図である。

【図4】実施例に用いた塗布装置の要部を示す略図である。

【図5】実施例における塗布液の粘度分布に応じた塗布面性を表わすグラフである。

【図6】従来の塗布装置の要部を示す略図である。

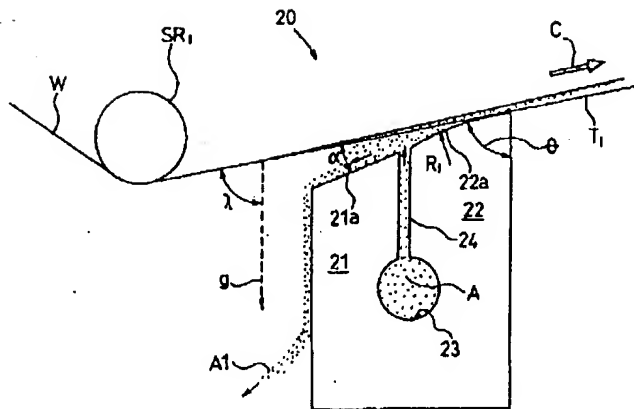
【符号の説明】

10 従来の磁気記録媒体の製造方法に使用される一層塗布装置

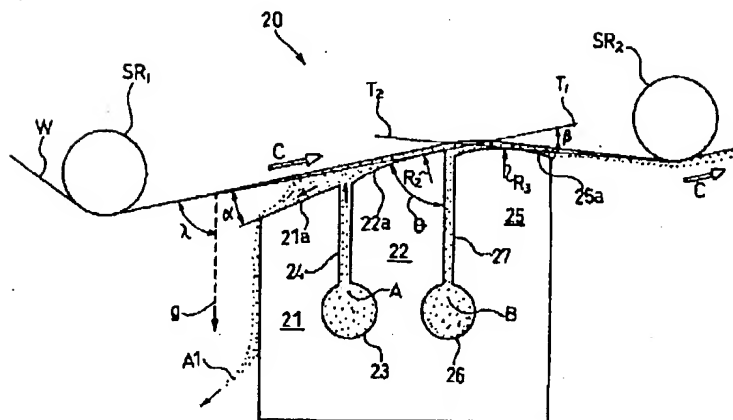
11 フロントエッジ・ブロック

※ 11 a フロントエッジ面
12 ドクタエッジ・ブロック
12 a ドクタエッジ面
13 ポケット部
14 スロット部
W ウェブ
A 第1塗布液
20 本発明の塗布方法に使用される塗布用装置
21 フロントエッジ・ブロック
21 a フロントエッジ面
22 第1ドクタエッジ・ブロック
22 a 第1ドクタエッジ面
23 第1ポケット部
24 第1スロット部
25 第2ドクタエッジ・ブロック
25 a 第2ドクタエッジ面
26 第2ポケット部
27 第2スロット部
SR₁ 上流側サポートローラ
SR₂ 下流側サポートローラ
W ウェブ
30 A 第1塗布液
A1 第1塗布液の溢流出
B 第2塗布液
T₁ 第1接線
T₂ 第2接線
 α フロントエッジ面に対するウェブ進入角
 β 第2ドクタエッジ面に対するウェブ離脱角
 θ 上流側ウェブに対する第1ドクタエッジ面の
下流端部エッジ角
g 第1塗布液の溢流出における重力の作用方向
40 λ 第1塗布液の溢流出における重力の作用方向
に対するウェブ進入角
R₁ ドクタエッジ面の曲率半径
R₂ 第1ドクタエッジ面の曲率半径
R₃ 第2ドクタエッジ面の曲率半径

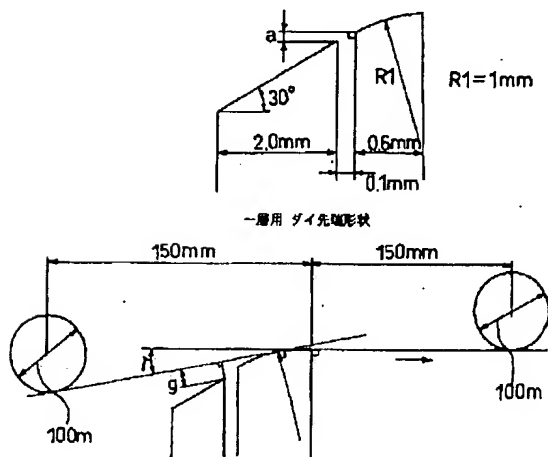
【図1】



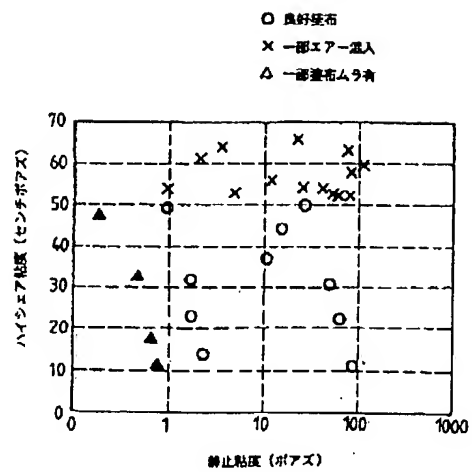
【図2】



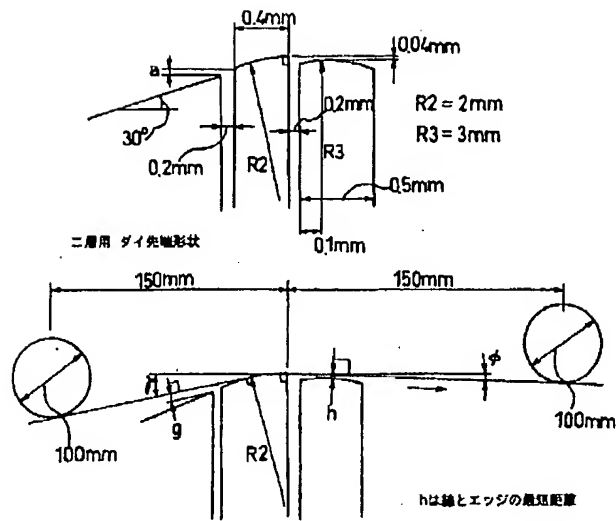
【図3】



【図5】



【図4】



【図6】

